

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第3区分

【発行日】平成17年9月22日(2005.9.22)

【公表番号】特表2005-501133(P2005-501133A)

【公表日】平成17年1月13日(2005.1.13)

【年通号数】公開・登録公報2005-002

【出願番号】特願2003-500150(P2003-500150)

【国際特許分類第7版】

C 0 8 G 63/91

C 0 9 D 11/00

// C 0 8 F 299/04

【F I】

C 0 8 G 63/91

C 0 9 D 11/00

C 0 8 F 299/04

【手続補正書】

【提出日】平成16年2月17日(2004.2.17)

【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

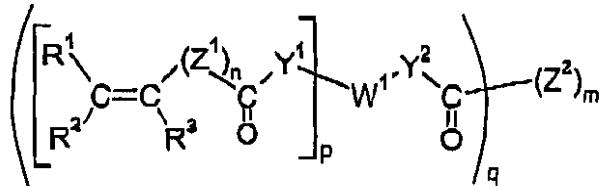
一般式1の化合物を少なくとも1つ含有する組成物であって、下記を含む前記組成物。

(a) 一般式1の少なくとも3つの異なる化合物、

(b) W<sup>1</sup>に結合した部分の少なくとも3つが異なる、一般式1の少なくとも1つの化合物、及び/又は、

(c) 一般式1の化合物及び/又はその成分から誘導され得る少なくとも2つの異なるポリオールを更に含有する

【化1】



一般式1

(式中、

n及び/又はmは独立して、0又は1を表す。

p及び/又はqは独立して、1~5の整数を表す。

R<sup>1</sup>~R<sup>3</sup>は独立して、H、任意の置換基、及び/又は、C<sub>1~30</sub>のオルガノを表す。

Y<sup>1</sup>及びY<sup>2</sup>は独立して、オキシ、チオキシ、及び/又は、任意にオルガノ置換されたイミノを表す。

Z<sup>1</sup>及びZ<sup>2</sup>は独立して、任意の置換基及び/又はC<sub>1~60</sub>のオルガノから選択される2価

の部分を表す。

$W^1$ は、 $Y^1$ 及び $Y^2$ 部分のそれぞれが同じ原子及び／又は異なる原子に結合し得る、1価～6価の $C_{1-30}$ のオルガノ部分を表す。)

【請求項2】

一般式1において、 $R^1$ ～ $R^3$ が独立して、H、任意の置換基、及び／又は、任意に置換された $C_{1-18}$ のヒドロカルボ基である、請求項1に記載の組成物。

【請求項3】

$R^1$ ～ $R^3$ が独立して、H、及び／又は、任意に置換された $C_{1-12}$ のヒドロカルボである、請求項2に記載の組成物。

【請求項4】

$R^1$ ～ $R^3$ が独立して、H、及び／又は、 $C_{1-4}$ のヒドロカルボ基である、請求項3に記載の組成物。

【請求項5】

$R^1$ ～ $R^2$ が共にHであり、かつ、 $R^3$ が独立してH又はメチルである、請求項4に記載の組成物。

【請求項6】

$R^1$ がHであり、 $R^2$ がHであり、かつ、 $R^3$ がHである、請求項5に記載の組成物。

【請求項7】

一般式1において、 $Y^1$ 及び $Y^2$ が独立して、-O-、-N( $C_{1-12}$ のヒドロカルボ) -、又は、-NH-である、請求項1に記載の組成物。

【請求項8】

$Y^1$ 及び $Y^2$ が独立して、-O-、又は、-NH-である、請求項7に記載の組成物。

【請求項9】

$Y^1$ 及び $Y^2$ が共に-O-である、請求項8に記載の組成物。

【請求項10】

一般式1において、nが0であり、mが1であり、pが3であり、かつ、qが2である、請求項1に記載の組成物。

【請求項11】

一般式1において、 $Z^1$ 及び $Z^2$ が独立して、任意に置換された $C_{6-60}$ のヒドロカルボである、請求項1に記載の組成物。

【請求項12】

$Z^1$ が存在せず、かつ、 $Z^2$ が $C_{6-18}$ のアリーレン、又は、 $C_{20-60}$ のヒドロカルビレンを表し、一方が任意に1～10のヒドロカルビリデン基を含む、請求項11に記載の組成物。

【請求項13】

$Z^1$ が存在せず、かつ、 $Z^2$ が、 $C_{6-12}$ のアリーレン、又は、アルケニル基を4つ含有する $C_{20-40}$ のヒドロカルビレンを表す、請求項12に記載の組成物。

【請求項14】

一般式1において、 $W^1$ が、 $Y^1$ 及び $Y^2$ 部分のそれぞれが異なる原子に結合する、4価の $C_{1-20}$ のオルガノを表す、請求項1に記載の組成物。

【請求項15】

$W^1$ が、任意に1又はそれ以上のオキシ基を含有する、4価の $C_{1-15}$ のヒドロカルビレンを表す、請求項14に記載の組成物。

【請求項16】

下記を含む組成物であって、該混合物が、異なる末端基を有する少なくとも1つの重合体又は化合物を含有することを特徴とする前記組成物。

(I) それぞれが2つの末端オルガノ部分及び中心オルガノ部分を含み、それぞれの末端部分が3つのヒドロカルビリデニルカルボニルオキシ基を含有し、かつ、それぞれの末端部分がオキシカルボニル基によって中心部分に結合している、複数の異なる化合物及び／又は重合体、

(II) 少なくとも 3 つのヒドロカルビリデニルカルボニルオキシ基を含む、複数の異なる末端キャッピング試薬

【請求項 17】

下記工程を含む方法。

(a) エステル化反応において、

(i) 複数の異なるポリオールを、

(ii) 複数の異なるポリカルボン酸及び / 又はその前駆体と、得られるポリエステル中に複数の (好ましくは 3 つの) 遊離ヒドロキシ基を保持し、かつ、得られる生成物中に実質的な量の未架橋ポリエステルを保持するように、反応させる工程、次いで、

(b) 得られるポリエステルの混合物中に存在する遊離ヒドロキシ基の実質的に全てを、アクリル化剤と反応させて、異なるポリオールから誘導される、末端にエステル基を有する、少なくとも 1 つのアクリル化されたポリエステル、及び、複数のアクリル化されたポリオールを含有する、ヒドロキシ (OH) 値 (ASTM E 222-73 を使用して測定される) が約 100 mg KOH / g 以下で、任意にはヒドロキシ含有種が実質的に存在しない、混合物を形成させる工程

【請求項 18】

請求項 17 に記載の方法によって得られた、及び / 又は、得られ得る組成物。

【請求項 19】

適するキャリア媒体と、前項いずれか一項に記載の組成物を混合する工程を含む、インクの製造方法。

【請求項 20】

請求項 19 に記載の方法によって得られた、及び / 又は、得られ得るインク。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0009

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0009】

好ましくは、Z<sup>1</sup> 及び Z<sup>2</sup> は独立して、任意に置換された C<sub>6</sub> ~ C<sub>60</sub> のヒドロカルボである。

より好ましくは、Z<sup>1</sup> が存在せず、かつ、Z<sup>2</sup> が C<sub>6</sub> ~ C<sub>18</sub> のアリーレン、又は、C<sub>20</sub> ~ C<sub>60</sub> のヒドロカルビレンを表し、一方が任意に C<sub>6</sub> ~ C<sub>10</sub> のヒドロカルビリデン基を含む。

最も好ましくは、Z<sup>1</sup> が存在せず、かつ、Z<sup>2</sup> が C<sub>6</sub> ~ C<sub>12</sub> のアリーレン、又は、アルケニル基を 4 つ含有する C<sub>20</sub> ~ C<sub>40</sub> のヒドロカルビレンを表す。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0049

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0049】

本発明は、説明としてのみである、以下の限定されない実施例及び試験によってここで説明されるであろう。本明細書中に他の断りがない限り、本明細書中の全ての試験結果及び特性は、当業者によく知られている従来の方法を使用して行われた。

本明細書中の実施例において、

二量体酸は、分子量 558.59 のリノール酸の C<sub>36</sub> 二量体を主として含有する、C<sub>18</sub> の不飽和モノ - 塩基性脂肪酸の二量化の生成物の混合物である成分を意味する (即ち、C<sub>18</sub> の二重不飽和脂肪酸から = 11 - (1' - カルボキシヘキシル) - 12 - ブチルペンタコス - 6, 9, 13, 16 - テトラエン - 22 - オイック酸) ; 混合物はまた、或る量 (少量) の、重合されていないモノ - 塩基性酸及び / 又は三量体酸をも含有し得る。

ペンタエリスリトールは、1,3-ジヒドロキシ-2,2-ジ(ヒドロキシメチル)プロパンである。

ジ-トリメチロールプロパンは、3,3,7,7-テトラ(ヒドロキシメチル)-5-オキサノナンである。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0050

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0050】

実施例1

(組成物A及びBのそれぞれを製造するために、ポリオールを使用するインシチュウ反応に対する、70/30相対比)

二量体酸(346.9g)、ペンタエリスリトール(251.22g)、アクリル酸(581.52g)、ジ-トリメチロールプロパン(145.52g)、無水フタル酸(20.62g)、パラ-トルエンスルホン酸(32.1g、65%水溶液)、ハイドロキノン(1.37g)、酸化銅(I)(0.96g)、及び、次亜リン酸(5g、50%水溶液)を、共に混合した。溶媒(トルエン、1116g)を添加し、混合物を加熱して、エステル化反応を行わせた。反応混合物を還流させ、反応混合物の酸価が20mgKOH/g未満になるまで、反応水を除去させながらエステル化を続けた。次いで、反応生成物を以下の通り反応混合物から単離した。エステル化された生成物混合物を、硫酸ナトリウムの15%水溶液を反応混合物の質量に対して8%用い、60で、4回洗浄した。次いで、ハイドロキノン(0.415g)及び次亜リン酸(5g、50%水溶液)を添加し、生成物混合物を加熱し、一定して空気を散布して還流させた。残った水を、濾過の後、実質的に全ての水が除去されるまで、共沸蒸留によって除去した。反応混合物を加熱することによって濃縮し、最終の物質温度95で、典型的には16時間、一定して空気を散布して、減圧下で還流させた。最終生成物は、ポリエステルアクリレートオリゴマー、エステル化副生成物、及び、試薬の錯体混合物からなる、透明な黄橙色の液体であり、典型的には以下の通りに特徴付けられた。粘度範囲は、25で21000~31000cPの範囲であるのが典型的であり、色は、ガードナー6~8の範囲であるのが典型的であった。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0053

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0053】

組成物B

他の先行技術のポリエステルアクリレート組成物を、以下の通りに調製した。二量体酸(475.61g)、ジ-トリメチロールプロパン(750.65g)、無水フタル酸(106.38g)、アクリル酸(643.33g)、パラトルエンスルホン酸(43.40g、65%水溶液)、M e H Q(0.91g)、酸化銅(I)(1.48g)、及び、トリ-(ノニルフェノール)ホスファイト(1.36g)を、共に混合した。溶媒(トルエン、1216.91g)を添加し、混合物を加熱して、エステル化反応を行わせた。反応混合物を還流させ、反応混合物の酸価が15mgKOH/g未満になるまで、反応水を除去させながらエステル化を続けた。次いで、生成物混合物を以下の通り反応混合物から単離した。溶媒(トルエン、321.34g)を反応混合物に添加し、エステル化された生成物混合物を、硫酸ナトリウムの15%水溶液を反応混合物の質量に対して12%用い、50で、3回洗浄した。M e H Q(0.91g)及びトリス-(ノニルフェノール)ホスファイト(2.71g)を添加した。次いで、生成物混合物を加熱し、一定の空気を散布して還流させ、残った水を、濾過の後、実質的に全ての水が除去されるまで、共沸蒸

留によって除去した。次いで、M E H Q ( 0 . 7 1 g ) 及びトリス - ( ノニルフェノール ) ホスファイト ( 0 . 7 0 g ) を添加し、生成物混合物を加熱することによって濃縮し、一定の空気を散布し、減圧下で、還流させた。約 9 5 の最終の物質温度で、1 5 時間、濃縮を典型的に行つた。ハイドロキノン ( 0 . 3 5 g ) 、トリス - ( ノニルフェノール ) ホスファイト ( 1 . 3 6 g ) 、及び、シュウ酸・2水和物 ( 0 . 4 1 g ) を添加し、生成物を 2 0 0  $\mu$ m のフィルターバッグを通して濾過した。最終生成物は、ポリエステルアクリレートオリゴマー、エステル化副生成物、及び、試薬の錯体混合物からなる、透明な橙褐色の液体であった。粘度は、2 5 で 4 0 0 0 0 ~ 5 0 0 0 0 c P の範囲であるのが典型的であり、色は、ガードナー 8 ~ 1 2 の範囲であるのが典型的であった。